



1762

PTO/SB/21 (04-04)

Approved for use through 07/31/2006. OMB 0651-0031  
U.S. Patent and Trademark Office; U.S. DEPARTMENT OF COMMERCE

Under the Paperwork Reduction Act of 1995, no persons are required to respond to a collection of information unless it displays a valid OMB control number.

<b>TRANSMITTAL FORM</b> (to be used for all correspondence after initial filing)		Application Number	10/519,521
		Filing Date	Dec. 23, 2004
		First Named Inventor	Kyu-Seung CHOI
		Art Unit	1742
		Examiner Name	John P. Sheehan
Total Number of Pages in This Submission		Attorney Docket Number	1455-045724

**ENCLOSURES (Check all that apply)**

<input type="checkbox"/> Fee Transmittal Form <input type="checkbox"/> Fee Attached <input type="checkbox"/> Amendment/Reply <input type="checkbox"/> After Final <input type="checkbox"/> Affidavits/declaration(s) <input type="checkbox"/> Extension of Time Request <input type="checkbox"/> Express Abandonment Request <input type="checkbox"/> Information Disclosure Statement <input checked="" type="checkbox"/> Certified Copy of Priority Documents <input type="checkbox"/> Response to Missing Parts/ Incomplete Application <input type="checkbox"/> Response to Missing Parts under 37 CFR 1.52 or 1.53	<input type="checkbox"/> Drawing(s) <input type="checkbox"/> Licensing-related Papers <input type="checkbox"/> Petition <input type="checkbox"/> Petition to Convert to a Provisional Application <input type="checkbox"/> Power of Attorney, Revocation Change of Correspondence Address <input type="checkbox"/> Terminal Disclaimer <input type="checkbox"/> Request for Refund <input type="checkbox"/> CD, Number of CD(s)	<input type="checkbox"/> After Allowance communication to Technology Center (TC) <input type="checkbox"/> Appeal Communication to Board of Appeals and Interferences <input type="checkbox"/> Appeal Communication to TC (Appeal Notice, Brief, Reply Brief) <input type="checkbox"/> Proprietary Information <input type="checkbox"/> Status Letter <input type="checkbox"/> Other Enclosure(s) (please identify below)
<u>Remarks</u>		

**SIGNATURE OF APPLICANT, ATTORNEY, OR AGENT**

Firm or Individual name	Kent E. Baldauf The Webb Law Firm
Signature	
Date	April 9, 2007

**CERTIFICATE OF TRANSMISSION/MAILING**

I hereby certify that this correspondence is being facsimile transmitted to the USPTO or deposited with the United States Postal Service with sufficient postage as first class mail in an envelope addressed to: Commissioner for Patents, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450 on the date shown below.			
Typed or printed name		Diane Paull	
Signature		Date	04-09-2007

This collection of information is required by 37 CFR 1.5. The information is required to obtain or retain a benefit by the public which is to file (and by the USPTO to process) an application. Confidentiality is governed by 35 U.S.C. 122 and 37 CFR 1.14. This collection is estimated to take 2 hours to complete, including gathering, preparing, and submitting the completed application form to the USPTO. Time will vary depending upon the individual case. Any comments on the amount of time you require to complete this form and/or suggestions for reducing this burden, should be sent to the Chief Information Officer, U.S. Patent and Trademark Office, U.S. Department of Commerce, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450. DO NOT SEND FEES OR COMPLETED FORMS TO THIS ADDRESS. SEND TO: Commissioner for Patents, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450.

If you need assistance in completing this form, call 1-800-PTO-9199 and select option 2.



Appl. No. 10/519,521  
Certified copy of Priority Document dated 4-9-2007  
Attorney Docket No. 1455-045724

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Appl. No. : 10/519,521 Confirmation No. 2498  
Applicants : Kyu-Seung CHOI et al.  
Filed : December 23, 2004  
Title : Method for Manufacturing High Silicon Grain-Oriented  
Electrical Steel Sheet with Superior Core Loss Property  
Art Unit : 1742  
Examiner : John P. Sheehan  
Customer No. : 28289

CLAIM FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. §119

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

In the Office Action dated January 16, 2007, the Examiner acknowledged receipt of copies of the certified copies of the priority documents. Applicants have since provided the undersigned with the enclosed certified copies of Korean Patent Application No. 2002-0069648 and No. 2002-0074327, which correspond to the above-identified United States application and which were filed in the Korean Intellectual Property Office on November 11, 2002 and November 27, 2002, respectively.

The priority benefits provided by Section 119 of the Patent Act of 1952 are claimed for this application.

Respectfully submitted,  
THE WEBB LAW FIRM

I hereby certify that this correspondence is being deposited with the United States Postal Service with sufficient postage as first class mail in an envelope addressed to Commissioner for Patents, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450 on April 9, 2007.

Diane Pauli

(Name of Person Mailing Paper)

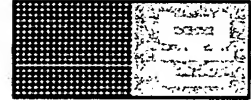
*Diane Pauli*  
Signature

04/09/2007  
Date

By

*Kent E. Baldauf*

Kent E. Baldauf  
Registration No. 25,826  
Attorney for Applicants  
700 Koppers Building  
436 Seventh Avenue  
Pittsburgh, PA 15219  
Telephone: 412-471-8815  
Facsimile: 412-471-4094



별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto is a true copy from the records of the Korean Intellectual Property Office.

출원 번호 : 10-2002-0069648

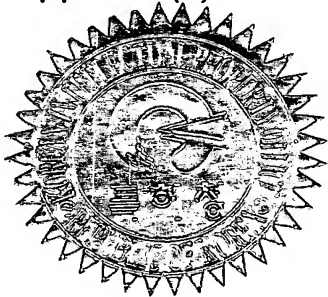
Application Number

출원 년 월 일 : 2002년 11월 11일

Filing Date NOV 11, 2002

출원인 : 주식회사 포스코

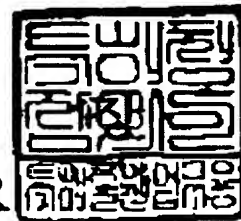
Applicant(s) POSCO



2007년 02월 06일

특 허 청

COMMISSIONER



◆ This certificate was issued by Korean Intellectual Property Office. Please confirm any forgery or alteration of the contents by an issue number or a barcode of the document below through the KIPOnet- Online Issue of the Certificates' menu of Korean Intellectual Property Office homepage ([www.kipo.go.kr](http://www.kipo.go.kr)). But please notice that the confirmation by the issue number is available only for 90 days.

**【서지사항】**

<b>【서류명】</b>	특허출원서
<b>【권리구분】</b>	특허
<b>【수신처】</b>	특허청장
<b>【참조번호】</b>	0003
<b>【제출일자】</b>	2002.11.11
<b>【국제특허분류】</b>	H01F 1/04
<b>【발명의 국문명칭】</b>	침규확산용 분말도포제 및 이를 이용한 고규소 방향성 전기 강판 제조방법
<b>【발명의 영문명칭】</b>	Coating composition and, method for manufacturing high silicon grain-oriented electrical steel sheet with superior core loss property using thereof.
<b>【출원인】</b>	
<b>【명칭】</b>	주식회사 포스코
<b>【출원인코드】</b>	1-1998-004076-5
<b>【대리인】</b>	
<b>【성명】</b>	손원
<b>【대리인코드】</b>	9-1998-000281-5
<b>【포괄위임등록번호】</b>	1999-047186-5
<b>【대리인】</b>	
<b>【성명】</b>	김성태
<b>【대리인코드】</b>	9-1999-000487-4
<b>【포괄위임등록번호】</b>	2000-032383-6
<b>【발명자】</b>	
<b>【성명의 국문표기】</b>	최규승
<b>【성명의 영문표기】</b>	CHOI, Kyu Seung
<b>【주민등록번호】</b>	520108-1XXXXXXX

【우편번호】 790-785

【주소】 경상북도 포항시 남구 괴동동1번지 (주)포스코내

【국적】 KR

【발명자】

【성명의 국문표기】 우종수

【성명의 영문표기】 WOO, Jong Soo

【주민등록번호】 551003-1XXXXXXX

【우편번호】 790-785

【주소】 경상북도 포항시 남구 괴동동1번지 (주)포스코내

【국적】 KR

【발명자】

【성명의 국문표기】 김재관

【성명의 영문표기】 KIM, Jae Kwan

【주민등록번호】 580616-1XXXXXXX

【우편번호】 790-785

【주소】 경상북도 포항시 남구 괴동동1번지 (주)포스코내

【국적】 KR

【취지】 특허법 제42조의 규정에 의하여 위와 같이 출원합니다.

대리인

손원 (인)

대리인

김성태 (인)

【수수료】

【기본출원료】 20 면 29,000 원

【가산출원료】 0 면 0 원

【우선권주장료】 0 건 0 원

【심사청구료】 0 항 0 원

【합계】 29,000 원

【첨부서류】 1. 요약서 · 명세서(도면)\_1통

**【요약서】****【요약】**

침규확산용 분말도포제 및 이를 이용한 고규소 방향성 전기강판 제조방법이 제공된다.

본 발명은, MgO 분말 100중량부; 및 상기 MgO 분말기준으로 Fe-Si계 소성분말 0.5~85중량부;를 포함하여 조성되고, 상기 Fe-Si계 소성분말은 그 입도가 -25mesh이고 Si을 25~70중량% 함유하고 있음을 특징으로 하는 침규확산용 분말도포제와,

강슬라브를 재가열한후 열간압연하고, 열연판소둔 및 냉간압연으로 그 두께를 조정하며, 탈탄소둔한후 2차재결정소둔하는 공정으로 이루어진 방향성 전기강판 제조공정에 있어서, 상기 탈탄소둔된 강판 표면에 상기와 같이 마련된 분말도포제를 슬러리상태로 도포한후 건조하고, 이어 통상의 조건으로 최종 마무리 고온소둔하는 것을 특징으로 하는 고규소 방향성 전기강판 제조방법에 관한 것이다.

**【색인어】**

방향성 전기강판, 분말도포제, Fe-Si, 침규제

## 【명세서】

### 【발명의 명칭】

침규확산용 분말도포제 및 이를 이용한 고규소 방향성 전기강판 제조방법  
 {Coating composition and, method for manufacturing high silicon grain-oriented electrical steel sheet with superior core loss property using thereof}

### 【발명의 상세한 설명】

### 【발명의 목적】

### 【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

<1> 본 발명은 방향성 전기강판 제조시 자기적 특성, 특히 철손을 개선시킬 수 있는 고규소 방향성 전기강판 제조에 관한 것으로서, 보다 상세하게는, 확산소둔공정을 통하여 효과적으로 전기강판을 침규처리할 수 있는 분말도포제와, 이러한 분말도포제를 전기강판 표면에 도포한후 확산소둔함으로써 소재중 고규소화에 의해 상용주파수뿐 만 아니라 고주파 자기특성이 극히 우수한 전기강판을 제조할 수 있는 고규소 방향성 전기강판 제조방법에 관한 것이다.

<2> 전기강판은 방향성 전기강판과 무방향성 전기강판으로 대별되는데, 통상 방향성전기강판이란 3% Si성분을 함유한 것을 특징으로 하여 결정립의 방위가 (110)[001]방향으로 정렬된 집합조직을 가지고 있으며 이 제품은 압연방향으로 극

히 우수한 자기적특성을 가지고 있으므로 이 특성을 이용하여 변압기, 전동기, 발전기 및 기타 전자기기등의 철심 재료로 사용된다.

<3>       최근에 들어 전기기기의 다양화에 따라 고주파영역에서 작동되는 기기에 대한 수요가 늘면서 고주파에서 자기적 특성이 우수한 철심소재에 대한 욕구가 증대되기 시작하였다.

<4>       한편, Fe-Si 합금에서 규소함량이 증가할수록 철손중에서 이력손, 자왜, 보자력, 자기이방성이 감소하고 최대투자율이 증가하므로 고규소강제품은 우수한 연자성재료라 말할 수 있다. 이때 자왜의 감소 및 최대투자율의 증대는 규소함량의 증가에 따라 무한정 증가하는 것이 아니고 6.5%Si강에서 최고치를 보이며 또한 6.5%Si강은 상용주파수 뿐만 아니라 고주파영역에서도 자기적 특성이 최고상태에 도달한다는 것은 전부터 잘 알려진 사실이다. 이러한 고규소강의 우수한 고주파수대의 자기적특성을 이용하여 가스터빈용 발전기, 전차전원, 유도가열장치, 무정전 전원장치등의 고주파 리액터와 도금전원, 용접기, X-선 전원등의 고주파변압기에 주로 적용 할 수 있으며 주로 방향성규소강판의 대체재로 사용되고 있고, 그 외에도 모터의 소모전력을 줄이고 효율을 높이는 용도로 적용이 가능하다.

<5>       그런데 Fe-Si강에서 규소함량이 증가할수록 규소강판의 연신율은 급격히 작아지므로, 3.5%이상의 규소를 함유하는 규소강판을 냉간압연법으로 제조하는 것은 거의 불가능한 것으로 알려져 있다. 따라서 규소함량이 높을수록 우수한 자기적특성을 얻을 수 있다는 사실을 알고 있음에도 불구하고 현존 기술로는 냉간압연법의



한계점으로 인식되어 냉간압연법의 한계를 극복 할 수 있는 새로운 대체기술의 연구가 오래 전부터 시도되고 있다.

<6> 지금까지 고규소강판을 제조 할 수 있는 방법으로 알려진 기술들은 일특개소 56-3625호등의 단롤 또는 쌍롤을 이용한 고규소강의 직접주조법이 있고, 일 특개소 62-103321호등의 적정온도의 가열상태에서 압연하는 온간압연법, 일특개평 5-171281호등의 내부에 고규소강을 넣고 외부에 저규소강을 넣은 상태에서 압연하는 크래드압연법이 알려져 있으나 이러한 기술들은 아직까지 상용화되지는 못하고 있는 실정이다.

<7> 현재 고규소화 제품으로서 양산중인 기술은 3%급 무방향성제품을  $\text{SiCl}_4$ 가스를 이용한 화학증착법(CVD법)으로 규소성분을 소재표면에 부화시킨 후 확산소둔시켜 고규소강을 제조하는 기술로서, 이 기술은 일특개소 62-227078 및 미국 USP 3423253등에 잘 알려져 있다. 그러나 화학증착후 확산소둔처리법은 화학증착기술 자체의 어려움으로 인해 기존 3%Si강 제품에 비해 약5배 이상의 고가격 판매가 불가피하여 우수한 자기적특성을 갖고 있는 제품임에도 불구하고 대중화 및 실용화에 어려움을 겪고 있다.

<8> 현재 시중에 유통되고 있는 전기강판제품 중 고규소강 제품은 6.5% 규소함량의 무방향성전기강판이 생산 판매되고 있을 뿐으로 이것은 결정립의 방위가 불규칙

적으로 배열되어 있어 자화방향별 자성편차가 적은 회전기용으로 이용되지만, 압연 방향에서의 자성만을 주로 이용하는 변압기용등에 우수한 특성을 보이는 방향성전기강판재의 고규소화제품은 아직까지 실용화되지 못하고 있는 실정이다. 따라서 고규소화에 의한 우수한 자기특성을 방향성전기강판을 생산하고자 하는 여러 시도가 진행되고 있는 것으로 알려지고 있으나 생산에 성공하였다는 정보는 아직까지 없다.

#### 【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

<9> 따라서 본 발명은 상술한 종래기술을 해결하기 위하여 마련된 것으로서, 방향성 전기강판의 표면에 도포되어 확산소둔공정을 통하여 강판내에 고규소화를 가능하게 하는 침규확산용 분말도포제를 제공함을 그 목적으로 한다.

<10> 또한, 본 발명은 상기 분말도포제를 통상의 전기강판의 표면에 슬러리상태로 도포한후, 확산소둔시킴으로써 고규소화에 의해 기존재 대비 훨씬 우수한 고주파 자기특성을 갖는 고규소 방향성 전기강판 제조방법을 제공함을 그 목적으로 한다.

#### 【발명의 구성】

<11> 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명은,

<12> MgO 분말 100중량부; 및 상기 MgO 분말기준으로 Fe-Si계 소성분말 0.5~85중량부;를 포함하여 조성되고,

<13> 상기 Fe-Si계 소성분말은 그 입도가 -25mesh이고 Si을 25~70중량% 함유하고

있는 침규확산용 분말도포제에 관한 것이다.

<14> 또한, 본 발명은, 강슬라브를 재가열한후 열간압연하고, 열연판소둔 및 냉간 압연으로 그 두께를 조정하며, 탈탄소둔한후 2차재결정소둔하는 공정으로 이루어진 방향성 전기강판 제조공정에 있어서,

<15> 상기 탈탄소둔된 강판 표면에 상기와 같이 마련된 분말도포제를 슬러리상태로 도포한후 건조하고, 이어 통상의 조건으로 최종 마무리 고온소둔하는 것을 특징으로 하는 고규소 방향성 전기강판 제조방법에 관한 것이다.

<16> 이하, 본 발명을 설명한다.

<17> 방향성전기강판의 제조공정은 제조사 마다 다소의 공정차이는 있지만 통상적으로 제강에서의 성분조정, 연주슬라브제조, 재가열한후 열간압연, 열연판소둔 및 냉간압연으로 두께조정, 탈탄소둔한후 2차재결정을 위한 고온소둔 및 최종 절연코팅공정으로 이루어진다. 이러한 제조공정은 대량 생산체제를 기본으로 한 공정이며, 대량 생산체제에서 중요한 인자는 냉간압연법으로의 생산체제 확립이다. 그런데 상술한 바와 같이, 전기강판내 규소함량이 증가할수록 철손, 차왜, 보자력, 자기이방성이 감소하고 최대투자율이 증가함으로서 우수한 자기적 특성을 나타내나, 규소함량 증가에 따라 기계적 특성인 연신율이 급격하게 감소하므로 대량생산이 가능한 냉간압연법으로 전기강판을 제조할 수 있는 가능한 소재 Si함량은

3.3%정도로 알려져 있다.

<18> 따라서 본 발명자는 대량생산이 가능한 냉간압연법을 이용하는 통상적인 방향성 전기강판 제조공정을 이용하여 고Si강판을 제조할 수 있는 방법에 대하여 연구를 거듭하였으며, 그 결과, 소둔분리체인 MgO분말에 소정의 입도 및 Si함량을 갖도록 조성된 Fe-Si계 소성분말이 혼합된 분말도포제를 물등에 분산시켜 슬러리로 만든 후, 이를 탈탄 및 질화소둔을 마친 전기강판 표면에 도포하고, 이어, 마무리 고온소둔중에서 확산소둔함으로써 고규소화와 동시에 이차재결정에 의한 자기적 특성이 완성됨으로서 자기적 특성이 극히 우수한 방향성 전기강판이 제조됨을 발견하고 본 발명을 제안하는 것이다.

<19> 즉, 본 발명은, 통상의 방향성 전기강판 제조공정에 있어서, 2차재결정 형성을 위한 고온소둔시, 소재간의 상호응착(sticking) 방지하기 위해 불가피하게 강판 표면에 소둔분리제를 도포하는 공정에서, 소둔분리제 주성분인 MgO분말에 소정의 입도 및 Si함량을 갖도록 조성된 Fe-Si계 소성분말을 첨가하여 도포함으로써 후속하는 고온소둔공정을 통하여 고Si 방향성 전기강판을 제조할 수 있는 것이다. 다시 말하면, 본 발명은 종래의 냉간압연법을 이용한 방향성 전기강판 제조공정을 그대로 사용하면서도 자기적 특성이 아주 우수한 고규소 방향성 전기강판을 제조할 수 있는 것이다.

<20> 먼저, 본 발명의 침규 분말도포제를 구체적으로 설명한다.

<21> Si금속을 통상 950℃이상의 고온의 수소 또는 질소분위기하에서 Fe금속과 접

촉시키면, Si성분은 Fe금속 소재내부로 확산해 들어가고 Fe금속은 초기 Si금속부로 확산해 들어가는 상호확산반응이 일어나서 양 농도를 균일하게 하려는 성질을 갖고 있다. 따라서 Si 금속분말을 전기강판의 소재부에 접촉시켜 고온에서 소둔하면, Si분말의 농도가 방향성전기강판 표면의 Si농도인 3%수준에 비해 크게 높으므로 금속Si와 소재Fe의 상호 이동에 의하여 상호 확산반응이 진행 될 수 있다.

&lt;22&gt;

그러나 Fe와 Si의 상호 확산속도를 비교하면 Si의 확산속도가 Fe의 확산속도에 비해 1000~1200℃ 온도영역에서 거의 2배정도 빨라서 상호 불균일한 확산상태인 크켄달이펙트(Kirkendall Effect)라는 현상이 발생하게 되며, 이에 따라 반응부 전면에는 불균일상태의 결합을 만들거나 반응부 표면에  $\text{FeSi}_2$ ,  $\text{FeSi}$ ,  $\text{Fe}_5\text{Si}_3$  및  $\text{Fe}_3\text{Si}$  등의 여러가지 화합물이 생성되어 반응부 표면에 존재함에 따라 자기적특성을 열화시키는 요인으로 작용하게 된다. 따라서 금속 Si분말 만을 침규제로 사용할 경우, 고온확산소둔을 통하여 표면결합이 없는 균일한 조성의 고규소 방향성 전기강판제품을 생산하는 것은 사실상 불가능하였다.

&lt;23&gt;

따라서, 본 발명자는 상기 문제점을 해결하기 위하여 Si분말과 Fe분말을 이용한 확산원리등에 대한 연구를 거듭하였으며, 그 결과, 상술한 확산반응부에서의 결합들이 Fe대비 Si의 빠른 확산속도에 기인함을 발견하고 본 발명을 제안하는 것이다.

&lt;24&gt;

즉, 본 발명은 가능한한 Fe에 대하여 Si의 확산을 상대적으로 억제할 수 있

도록 침규제로 이용되는 Si 함유 분말제의 입도 및 조성을 제어함을 특징으로 한다. 다시 말하면, 본 발명은 강판 표면의 확산반응부에 Fe와 Si가 결합된 복합화합물을 형성함이 거의 없이 Si 원자가 Fe 원자와 상호 동일량씩 치환되는 확산이 가능하도록 소정의 입도와 조성을 갖도록 제어된 Fe-Si계 소성분말을 제공하고, 이러한 소성분말을 통상의 방향성 전기강판 제조공정에서 소둔분리제 MgO 분말과 혼합하여 침규도포제로 이용함을 특징으로 한다.

<25> 이를 구체적으로 설명하면 다음과 같다.

<26> 먼저, 본 발명에서는, Si 성분의 확산속도를 보다 늦추기 위해 Si 금속 단독분말을 침규확산용 도포제로 사용하지 않고 Si 금속이 Fe 금속과 결합된 화합물형태인  $\text{FeSi}_2$ ,  $\text{FeSi}$ ,  $\text{Fe}_5\text{Si}_3$  또는  $\text{Fe}_3\text{Si}$  상태의 Fe-Si계 화합물형태로 만들어 침규확산용 피복조성물의 기본성분으로 이용한다.

<27> 본 발명에서 이용하는 Fe-Si계 분말은 Fe 분말과 Si 분말을 상호 혼합하여 질소나 수소 또는 수소와 질소의 혼합가스하에서 1000~1200℃의 온도에서 5~10시간 소성하여 제조할 수 있으나, 이에 특별히 제한되는 것은 아니며 다양한 방법으로 그 제조가 가능한 것이다. 이때 Fe 분말과 Si 분말의 배합량에 따라 소성분말의 화합물성분이 변화되며, 이론적으로는 50%Si+50%Fe시의 경우  $\text{FeSi}_2$ 의 화합물이 생성되며, 34%Si+66%Fe시에는  $\text{FeSi}$ 의 화합물이, 25%Si+75%Fe시에는  $\text{Fe}_5\text{Si}_3$ 의 화합물로, 14%Si+86%Fe시에는  $\text{Fe}_3\text{Si}$ 의 화합물로 존재하게 된다. 그러나 실제 소성시에는 초기

혼합상태에 따라 여러 화합물이 조금씩 혼재되어 있을 수 있다. 특히, Fe와 Si분말의 혼합에 의한 소성반응시 Si분말과 Fe분말이 접촉되는 표면으로부터 상호확산하여 침입하는 상태로 반응이 진행된다. 그러므로 다소 Si배합량이 많아도 대부분의 소성분말 표면은 Fe가 확산된 상태인  $\text{FeSi}_2$  화합물이나 FeSi 화합물이 존재하고 그 내부에 순Si가 존재하는 상태가 되므로, 그 표면에는 대부분 Fe성분과 결합된 Fe-Si계 화합물이 존재하게 된다.

<28> 본 발명에서는 이렇게 얻어진 Fe-Si계 소성분말에서 Si성분 함량을 25~70중량%로 제한한다. 만일 Si함량이 25%미만이면, Si자체 함량이 너무 적어 확산속도가 너무 느릴 수 있으며, 또한 자체 밀도가 커서 현장에서 소재표면에 코팅작업시 분산성이 저조할 수 있다. 그리고 Si함량이 70%를 초과하면 주성분이  $\text{FeSi}_2$  및 과잉의 금속Si상의 혼합물로 존재하므로 금속Si성분이 소재표면에 접촉되어 확산소둔시 표면에 결합부 생성가능성이 크며, 아울러 침규량의 제어가 어려워질 수 있다.

<29> 그리고 상기와 같이 제조된 Fe-Si계 소성분말을 소둔분리제 MgO분말과 혼합하여 전기강판의 도포제로 사용하는 경우, 이러한 혼합분말을 슬러리상태로 만들어 이를 롤코터를 이용하여 강판표면에 코팅함이 생산현장에서 가장 경제적이다. 그런데 침규제인 Fe-Si계 소성분말 입도가 가능한한 미세하여야 현장에서의 코팅작업시 도포작업성이 우수해지고 확산반응시의 소재의 표면형상 관리측면에서도 유리하다. 그러나 상기 소성반응이 끝난 Fe-Si계 소성분말은 고온장시간 반응에서 다소 상호

응착된 반덩어리 상태로 있으므로 그 분말의 입도를 미세하게 관리해야 할 필요가 있다.

<30>

따라서 본 발명에서는 이를 고려하여 상기와 같이 마련된 Fe-Si계 소성분말의 입경을 미세화한다. 이러한 분말의 입도크기가 미세화 될수록 슬러리상태로의 상호 분산성이 좋아서 현장 도포작업시 코팅성이 우수해 지고, 또한 이와 같이 그 입도가 미세한 Fe-Si계 소성분말을 강판 표면에 도포함으로서 소재와 금속분말과의 표면 접촉면적, 즉 상호 반응면적을 단판으로 접촉시에 비하여 30%이하로 축소시킬 수 있다. 다만 미립 분말화 작업시의 생산성 및 미립화 비용을 고려하여 그 입도를 -25mesh로 한정하는 것이 보다 바람직하다.

<31>

또한, 본 발명의 분말도포제는 상기와 같이 마련된 Fe-Si계 소성분말을 소둔 분리체인 MgO분말에 혼합되어 조성된다. 구체적으로, 본 발명의 분말도포제는, 소둔분리체의 주성분인 MgO 100중량부에, 상기 Fe-Si계 소성분말 0.5~85중량부를 혼합하여 조성된다. 이때, 그 소성분말의 첨가량이 0.5%미만이면 침규량이 거의 없거나 너무 적고, 또한 85%를 초과하면 MgO와의 분산성이 나빠서 소둔시의 도포량 관리가 어렵고, 소재 위치 부위별 침규량 관리가 어려워 바람직하지 않다.

<32>

본 발명에서는 상기와 같이 마련된 분말도포제를 방향성 전기강판의 자성 완성공정인 마무리 고온소둔공정에서 슬러리형태로 강판표면에 도포한후 확산소둔시킴으로써 고규소 방향성 전기강판을 제조할 수 있는 것이다.

<33>

다음으로, 상기 분말도포제를 이용한 본 발명의 고규소 방향성 전기강판 제



조공정을 설명한다.

<34>

상술한 바와 같이, 본 발명은 강슬라브제조, 재가열한후 열간압연, 열연판소둔 및 냉간압연으로 두께조정, 탈탄소둔한후 2차재결정을 위한 고온소둔, 및 최종 절연코팅공정으로 이루어진 통상적인 방향성 전기강판 제조공정을 이용하는데, 본 발명은 이러한 구체적인 제조공정에 제한되는 것은 아니다. 예컨대, 본 발명은 열연판소둔공정이 생략되거나, 탈탄소둔과 함께 질화처리하는 공정을 포함하는 방향성 전기강판 제조공정에서도 적용될 수 있다.

<35>

본 발명은 전기강판 제조에 사용되는 초기 강슬라브의 조성성분에 제한되는 것은 아니나, 상기 강슬라브는 적어도 Si를 2.9~3.3중량% 함유하고 있음이 바람직하다. 왜냐하면 그 함유량이 2.9%미만에서는 철손특성이 나빠지고, 3.3%를 초과하면 강이 취약해져 냉간압연성이 극히 나빠지기 때문이다. 보다 바람직하게는, 상기 강슬라브는 중량%로, C: 0.045~0.062%, Si: 2.9~3.3%, Mn: 0.08~0.16%, Al: 0.022~0.032%, 및 N: 0.006~ 0.008%, 잔여 철 및 불가피한 불순물을 포함하여 조성된 것이다.

<36>

본 발명에서는 상기 강슬라브를 열간압연성과 자기적특성 확보측면을 고려하여 1150℃~1200℃의 범위에서 재가열하고, 이어 열간압연하여 2.0~2.3mm두께의 열간압연판을 만든다. 그리고 1100℃이하의 온도에서 열연판소둔을 하고, 산세 및 냉간압연으로 최종두께인 0.20~0.30두께로 조정하며, 0.20mm제품의 경우 2회의 열연판소둔과 냉간압연으로 최종두께까지 조절한다. 이후, 암모니아가스가 포함된 수소 및 질소혼합의 습윤분위기하의 840~890℃부근에서 동시 탈탄 및 질화처리를 행

함으로써 탈탄 및 질화소둔처리된 강판을 얻을 수 있다. 다만, 이러한 제조공정은 이미 잘 알려진 통상적인 공정조건으로서 본 발명은 이러한 구체적인 공정조건에 제한되는 것은 아니다.

<37> 본 발명에서는 이와 같은 탈탄소둔처리된 강판을 소지강판으로 이용하는데, 이러한 소지강판의 표면에는 얇은 산화층이 형성되어 있다. 그런데 이러한 산화층은 침규확산 소둔공정중 상호확산반응의 방해막으로 작용하여 소재내로의 Si원자의 확산량을 줄이는 역할을 하므로 철손특성이 우수한 전기강판 제조에 보다 유리하게 작용할 수 있다.

<38> 구체적으로, 상기 MgO에 Fe-Si계 소성분말을 혼합하여 마련된 분말도포제를 물에 분산시켜 슬러리상태로 제조한후, 이를 롤코타로 상기 탈탄 및 질화소둔처리된 강판의 표면에 도포한후 건조시키며, 이후 권취하여 대형코일을 제조한다. 이때, 그 건조온도를 200~700℃로 제한함이 바람직하다.

<39> 이후, 상기 건조된 강판을 통상적인 조건으로 최종 마무리 고온소둔시킨다.

<40> 즉, 본 발명에서는 50%이하의 질소 함유 수소분위기하에서 1200℃까지 승온하고, 계속하여 100%수소분위기에서 1200℃에서 20시간이상 균열한 후 냉각하는 통상의 열사이클을 유지할 수 있다. 그리고 이때 상기 건조피복된 강판을 700℃~1200℃까지 승온구간의 적정 승온속도는 15℃/hr이상으로 유지함이 바람직하다

&lt;41&gt;

한편, 이러한 마무리 고온소둔공정중에서 상기 분말도포제가 피복된 강판을 확산소둔시켜 고규소할 때 동시에 중요하게 고려해야 할 점은 2차재결정 완성에 의한 우수한 자기적특성의 확보이다. 그런데 이러한 자기적 특성의 확보여부는 초기 강성분계나 이후 제조방법에 따라 다소의 차이는 있을 수 있으나, 고온소둔공정에서 2차재결정이 완성되는 약 1100℃까지의 온도구간이 중요하다. 따라서 본 발명에서는 Fe-Si계 도포제에 의한 Si 확산반응은 상기 자성이 완성되는 1100℃경 이후에 진행하도록 유도할 필요가 있는데, 이는 고온소둔 승온과정에서 분위기가스중 질소가스비를 높이는 통상의 조건을 이용하면 소재표면에 얇은 산화막을 형성시켜 Si의 내부 확산을 효과적으로 억제할 수 있다.

&lt;42&gt;

즉, 고온소둔공정중 1100℃까지의 승온구간에서는 그라스피막형성 시작과 동시에 2차재결정을 완성하고, 이후 1100℃~1200℃의 승온구간 및 1200℃의 장시간 균열시에 침규소확산반응을 완성하고 그라스피막을 형성할 수 있다.

&lt;43&gt;

상기 소둔처리된 강판의 표면의 미반응 조성물을 산용액으로 제거한 다음에 마그네슘, 알루미늄 및 칼슘의 혼합인산염과 콜로이달실리카성분에 미량의 무수크롬산으로 구성된 절연코팅제를 도포함으로써 고규소 방향성 전기강판을 제조할 수 있다.

<44> 이하, 실시예를 통하여 본 발명을 보다 상세히 설명한다.

<45> (실시예 1)

<46> 중량%로, Si : 3.05%, C : 0.046%, P : 0.015%, 용존 Al : 0.026%, N : 0.0073%, S : 0.005%, Mn : 0.11%, Cu : 0.12%, 잔부 Fe 및 불가피하게 혼입되는 불순성분을 포함하여 조성되는 강슬라브를 1190℃의 온도에서 재가열하고, 1100℃ 이하의 온도에서 열연판소둔한후 산세하였다. 이어, 그 최종두께가 0.20~0.30mm가 되도록 열연판을 냉간압연하였으며, 그 0.20mm 두께재는 최종 냉간압연을 확보를 위하여 압연중간에 추가 열연판소둔을 실시하였다. 그리고 이러한 냉연판을 암모니아가스 0.5%가 함유된 수소 및 질소의 혼합가스 습윤분위기하에서 880℃ 소둔온도로 동시 탈탄질화처리를 행하여 잔류탄소 및 소재질소량을 조절하고, 동시에 소재 표면의 총산소량이 610ppm의 탈탄소둔판을 얻었다.

<47> 이어, 상기 냉연강판중 하나에는 최종고온소둔을 위해 소둔분리제 조성물로 종래 정상제품 제조조건인 MgO 100중량부에 TiO<sub>2</sub>분말 3%를 첨가하여 이루어진 소둔분리제를 도포하여 방향성 전기강판을 제조하였다. 그리고 다른 냉연강판의 표면에는 하기 표 1과 같이 그 조성 및 입도등을 달리하는 분말도포제를 물에 분산시켜 슬러리상태로 만든 후, 이를 롤코타로 강판 표면에 도포하였으며, 이후, 700℃ 이하의 온도에서 건조한 다음 권취하여 대형코일로 만들었다.

&lt;48&gt;

상기와 같이 권취된 방향성 전기강판을 40%질소+60%수소의 분위기가스를 함유한 소둔로에서 1200℃까지 승온시켰으며, 이후 1200℃, 100%수소분위기에서 25시간 균열한 후 냉각시켰다. 그리고 이러한 소둔처리된 강판 표면의 미반응물들을 염산용액으로 제거한 후 마그네슘, 알루미늄 및 칼슘의 혼합인산염과 콜로이드실리카성분에 미량의 무수크롬산으로 구성된 절연코팅제를 도포하여 절연피막층을 형성하여 최종 방향성전기강판 제품을 제조하였다.

&lt;49&gt;

이렇게 제조된 제품들의 소재Si 함량과 자기적 특성을 조사하였으며, 자기적 특성은 단판측정기로 철손값 및 자속밀도(B8)값을 조사하여 그 결과를 표 1에 나타내었다. 여기서 소둔분리 피복조성물의 도포상태는 코팅물의 외관상태를 육안으로 관찰한 결과이며, 제품의 철손  $W_{17/50}$ 은 50Hz, 1.7Tesla에서의 철심손실을,  $W_{10/400}$ 은 400Hz, 1.0Tesla에서,  $W_{5/1000}$ 은 1000Hz, 0.5Tesla에서의 철심손실을 나타내며, 자속밀도 B8은 800A-turn/m의 자화력을 받았을 때 발생하는 단위면적당의 자속수를 Tesla로 나타내며, 그리고 소재 Si량은 습식분석 결과치이다.

【표 1】

&lt;50&gt;

구분	Fe-Si분말 (MgO100중량부 기준)			도포 상태	자성				Si량 (%)
	Si량 (%)	분말입도(me sh)	첨가량		B <sub>8</sub> (Tesla)	W <sub>17/50</sub> (W/Kg)	W <sub>10/400</sub> (W/Kg)	W <sub>5/1000</sub> (W/Kg)	
종래예	-	-	3	양호	1.92	0.90	7.9	9.3	3.0
비교예1	15	-325	40	양호	1.87	0.86	7.0	8.5	3.4
발명예1	35	-325	40	양호	1.85	0.83	6.8	7.2	3.9

발명예2	50	-325	40	양호	1.85	0.81	6.6	7.0	4.2
발명예3	65	-325	40	양호	1.83	0.79	6.3	6.6	4.5
비교예2	80	-325	40	양호	1.75	1.56	12.21	15.34	5.4
비교예3	100	-325	40	두꺼움	1.69	1.98	17.01	21.17	5.7
비교예4	60	+150	40	얇고 불균일	1.84	0.81	6.8	7.1	4.2
비교예5	60	+250	40	얇음	1.84	0.80	6.6	7.0	4.4
발명예4	60	-450	40	양호	1.82	0.79	6.5	6.8	4.6
비교예6	60	-325	0.2	양호	1.91	0.90	7.8	9.2	3.0
발명예5	60	-325	70	양호	1.79	0.75	5.9	5.7	5.2
비교예7	60	-325	100	불균일	1.82	0.78	6.6	6.8	4.8

<51>       상기 표 1에 나타난 바와 같이, MgO 분말에 소정의 입도와 조성을 가지도록 제어된 Fe-Si계 소성분말을 혼합하여 마련된 도포제가 이용된 본 발명예(1~5)은 소재 내에 Si 확산에 의해 초기 3% Si소재가 3.9~4.5%까지 증가되었고, 자기적 특성치 또한 상용주파수대의 철손인  $W_{17/50}$  값 뿐 만 아니라 고주파수대인  $W_{10/400}$  및  $W_{5/1000}$  에 서도 통상재의 경우에 비해 철손값이 훨씬 낮은 우수한 자기적 특성값을 나타내었다.

<52>       이에 대하여, Si 함유량이 15%수준인 비교재(1)의 경우, 도포량이 적고 소재 의 Si 침투량이 적어서 철심손실의 개선정도가 적었으며, 반면 Si가 85% 및 100%인 비교재(2~3)의 경우, 도포량이 두꺼워지고 소재의 Si량은 높아졌지만 소재 표면에 대량의 결함이 생겨서 철심손실이 크게 증가하여 본 발명의 범위에서 제외하였다.

<53>       또한 Fe-Si계 소성분말의 입도가 본 발명범위를 벗어난 비교재(4~5)는 슬러 리액의 분산특성이 나빠서 도포상태가 얇고 불균일하게 도포되었고, 침투후의 자성

은 비교적 양호하나 위치부위별 특성치가 존재하여 본 발명의 범위에서 제외하였다.

<54>

한편, MgO분말대비 Fe-Si계분말의 첨가량이 적은 비교재(6)은 소재 침규량이 거의 없어서 자성개선이 불가능하였으며, 첨가량이 너무 많은 비교재(7)은 슬러리 분산상태가 불량하여 도포상태가 불균일하였으며, 이에 따라, 자성이 위치별 편차가 존재하여 본 발명의 범위에서 제외하였다.

#### 【발명의 효과】

<55>

상술한 바와 같이, 본 발명은 종래의 일반적인 제조공정법을 이용하면서도, 마무리 고온소둔공정전에 소둔분리제인 MgO조성물 도포 대신에 소정의 침규확산용 피복조성물을 강판에 도포한후 확산소둔시킴으로써 우수한 자기적특성을 갖는 0.2~0.30mm두께의 방향성 전기강판을 저원가로 제조할 수 있는 것이다.

## 【특허청구범위】

### 【청구항 1】

MgO 분말 100중량부; 및

상기 MgO 분말기준으로 Fe-Si계 소성분말 0.5~85중량부;를 포함하여 조성되고,

상기 Fe-Si계 소성분말은 그 입도가 -25mesh이고 Si을 25~70중량% 함유하고 있음을 특징으로 하는 침규확산용 분말도포제.

### 【청구항 2】

제 1항에 있어서, 상기 Fe-Si계 소성분말은 복합화합물형태의 분말인 것을 특징으로 하는 침규확산용 분말도포제.

### 【청구항 3】

강슬라브를 재가열한후 열간압연하고, 열연판소둔 및 냉간압연으로 그 두께를 조정하며, 탈탄소둔한후 2차재결정소둔하는 공정으로 이루어진 방향성 전기강판 제조공정에 있어서,

상기 탈탄소둔된 강판 표면에 청구항 1항의 분말도포제를 슬러리상태로 도포한후 건조하고, 이어 통상의 조건으로 최종 마무리 고온소둔하는 것을 특징으로 하는 고규소 방향성 전기강판 제조방법.

### 【청구항 4】

제 3항에 있어서, 상기 강슬라브는 Si를 2.9~3.3중량% 함유하고 있음을 특징



으로 하는 고규소 방향성 전기강판 제조방법.

#### 【청구항 5】

제 3항에 있어서, 상기 피복조성물을 구성하는 Fe-Si계 소성분말은 복합화합물 형태의 분말인 것을 특징으로 하는 고규소 방향성 전기강판 제조방법.

#### 【청구항 6】

제 3항에 있어서, 상기 강슬라브는, 중량%로, C: 0.045~0.062%, Si: 2.9~3.3%, Mn: 0.08~0.16%, Al: 0.022~0.032%, 및 N: 0.006~ 0.008%, 잔여 철 및 불가피한 불순물을 포함하여 조성된 것임을 특징으로 하는 고규소 방향성 전기강판 제조방법.

#### 【청구항 7】

제 3항에 있어서, 상기 슬러리가 도포된 강판을 200~700℃에서 건조시키는 것을 특징으로 하는 고규소 방향성 전기강판 제조방법.

#### 【청구항 8】

제 3항에 있어서, 상기 건조된 강판을 50%이하의 질소함유 수소분위기하에서 1200℃까지 가열하고, 계속하여 100%수소분위기에서 1200℃에서 20시간이상 균열한 후 냉각하는 것을 특징으로 하는 고규소 방향성 전기강판 제조방법.